



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) **EP 1 020 493 A1**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
19.07.2000 Patentblatt 2000/29

(51) Int. Cl.⁷: **C08L 57/00**, C08J 3/12,
C04B 24/26
// (C08L57/00, 29:14, 29:04)

(21) Anmeldenummer: 99126210.6

(22) Anmeldetag: 30.12.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:
• **Schmitz, Ludwig, Dr.**
68642 Bürstadt (DE)
• **Schottler, Michael**
65474 Bischofsheim (DE)
• **Fuss, Robert, Dr.**
65835 Liederbach (DE)

(30) Priorität: 15.01.1999 DE 19901307

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(54) **Dispersionspulver enthaltend teilacetalisierte, wasserlösliche Polyvinylalkohole, Verfahren zu seiner Herstellung sowie Verwendung**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft Dispersionspulver enthaltend

- a) mindestens ein Basispolymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester-Comonomer-, Vinylester-Ethylen-, (Meth)acrylat- und Styrol-Acrylat-Polymerisate,
- b) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines Schutzkolloides,
- c) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohols,
- d) 0 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht, Antibackmittel, sowie
- e) gegebenenfalls weitere Additive,

Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung.

EP 1 020 493 A1

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Dispersionspulver enthaltend teilacetalisierte, wasserlösliche Polyvinylalkohole, die zu einer besseren Haftung von entsprechend modifizierten zementären Massen auf hydrophoben Substraten führen, Verfahren zu deren Herstellung sowie deren Verwendung.

[0002] In den letzten Jahren gewinnt die Wärmedämmung von Wohngebäuden aus ökonomischen und ökologischen Gründen immer mehr an Bedeutung. Dies wird auch durch die nunmehr seit 1995 gültige, verschärfte Wärmeschutzverordnung (WSVO III) deutlich zum Ausdruck gebracht. Schwerpunktmäßig gibt es zwei Wärmedämmsysteme: Wärmedämmputze (z.B. nach DIN 18550) und Wärmedämm-Verbundsysteme (z.B. nach UEATc Richtlinie und ÖNorm B6110).

[0003] Die Vorteile von Wärmedämm-Verbundsystemen (WDV-Systeme) wurden und werden in zahlreichen Veröffentlichungen immer wieder zum Ausdruck gebracht (z.B. in den Informationsbroschüren des Fachverbandes Wärmedämm-Verbundsysteme e.V.).

Der Aufbau ist dabei im wesentlichen festgelegt und besteht aus den Teilen Dämmplatte für die Wärmedämmung, Kleber für die Dämmplattenbefestigung auf dem Untergrund, Armierungsschicht für den Spannungsausgleich und Dekorputz für den Witterungsschutz (siehe z.B. Das Deutsche Malerblatt 12/96, S. 32 ff). Dämmplattenmaterialien sind in erster Linie solche auf Basis von Mineralfasern bzw. Polystyrol.

[0004] Die Dämmplattenbefestigung erfolgt dabei entweder mit einem verarbeitungsfertigen Dispersionskleber, einem Dispersionskleber mit Zementzusatz oder mit einem zementgebundenen, mit Dispersionspulver vergütetem Trockenmörtel.

[0005] Wärmedämmplatten auf Basis von Polystyrol und auch Mineralfaserplatten sind meist hydrophob. Auf solchen hydrophoben Untergründen haftet jedoch ein zementgebundener, unmodifizierter Klebemörtel nicht. Um jedoch einen ausreichend festen Verbund des WDV-Systems zu gewährleisten, werden in der oben genannten UEATc-Richtlinie bzw. in der ÖNorm B6110 Mindesthaftzugfestigkeiten gefordert.

[0006] Beim Einsatz von solchen Trockenmörteln als Kleber und/oder Armierungsschicht ist deshalb der Einsatz von Dispersionspulvern zwingend notwendig, da ansonsten keine ausreichende Haftung des Klebers auf dem Dämmmaterial gegeben ist. Doch auch in diesem Fall reicht oftmals, insbesondere nach den in den Richtlinien geforderten Haftzugfestigkeiten nach Naßlagerung, die durch das Dispersionspulver erzeugte, verbesserte Haftung des Klebers nicht aus, die Anforderungen zu erfüllen.

[0007] Die Wirkungsweise und der prinzipielle Aufbau von Dispersionspulvern ist bekannt und wird in vielen Publikationen beschrieben. Als Beispiele seien hier nur die Zitatstellen J. Schulze, TIZ 9 (1985), 3-14 und G. Schultz, VDI Berichte 384 (1980), 25-37 genannt.

[0008] Die Erhöhung der Haftzugfestigkeit spielt auch auf nicht hydrophoben Untergründen eine wesentliche Rolle. So wird z.B. in der EP-A-0 632 096 ein kaltwasserlöslicher, aminofunktionelle Vineinheiten enthaltender Polyvinylalkohol als Bestandteil eines redispergierbaren Dispersionspulvers beschrieben, der die Haftzugfestigkeit auf mineralischen Untergründen, wie z.B. Gehwegplatten verbessert.

[0009] Die Herstellung von Polyvinylacetal ist aus dem Stand der Technik bekannt. Überlicherweise geht man dabei von Polyvinylalkohol aus, den man in wäßriger Lösung säurekatalytisch mit Aldehyden zum Polyvinylacetal umsetzt. Dabei erfolgt die Umsetzung normalerweise bis zum vollständigen, theoretischen Umsatz aller Hydroxyfunktionalitäten, wodurch das daraus erhaltene Polyvinylacetal wasserunlöslich wird und ausfällt.

[0010] In der EP-A-0 594 026 wird ein Polyvinylacetal beschrieben, das durch den Einbau von sulfonatgruppentragenden Comonomereinheiten auch bei hohen Acetalisierungsgraden noch in Wasser löslich oder zumindest dispergierbar ist. In dieser Schrift wird darüber hinaus auch eine Isolierung des Polyvinylacetals durch Gefrier- oder Sprühtrocknung beschrieben. Es handelt sich bei diesem trockenen Polyvinylacetal jedoch nicht um ein Dispersionspulver im klassischen Sinn wie in den oben angegebenen Zitaten beschrieben.

[0011] Ebenfalls bekannt ist der Einsatz von Polyvinylacetal als Schutzkolloid bei der Emulsionspolymerisation. So wird in der DE-C- 936 063 die Acetalisierung von als Schutzkolloid eingesetztem Polyvinylalkohol während der Emulsionspolymerisation von Vinylacetat durch Zugabe von Aldehyden und Säuren während der eigentlichen Polymerisation beschrieben. Daraus erhaltene Dispersionen zeichnen sich offensichtlich durch eine gute Wasserfestigkeit aus.

[0012] In der DE-C-1 169 670 wird der Erhalt einer entsprechenden Wasserfestigkeit von Dispersionen durch den Einsatz eines Pfropfpolymerisats bestehend aus Polyethylenglykol und Vinylacetat beschrieben. In einigen Beispielen wird darüber hinaus der Einsatz von teilacetalisierten Polyvinylalkoholen erwähnt.

Im Gegensatz zur DE-C-936 063 beschreibt die DE-C-1 260 791 den Einsatz von acetalisierten Polyvinylalkoholen auf der Grundlage von einfach ungesättigten Aldehyden. Dabei kann offensichtlich durch den Einsatz der ungesättigten Aldehyde im direkten Vergleich zu den gesättigten Aldehyden die Viskosität der herzustellenden Dispersionen in gewünschter Weise beeinflußt werden.

[0013] In der DD-A- 222 880 wird der Einsatz von teilacetalisierten Polyvinylalkoholen bei der Emulsionspolymerisation beschrieben. Auch hier steht die Wasserfestigkeit der Filme im Vordergrund.

[0014] In der DD-A-251 560 schließlich wird eine Auswahl von teilacetalisierten Polyvinylalkoholen offenbart, die sich durch eine Mindestgrenzflächen­spannung entsprechender Lösungen auszeichnen.

[0015] Es ist jedoch bekannt, daß Acetale bei niedrigen pH-Werten zur Rückspaltung neigen. Dies wird auch insbesondere bei der Schutzgruppenchemie genutzt. Da in allen Beispielen der oben genannten Dokumente entweder während der Polymerisation ein saurer Puffer mit einem pH-Wert unter 4 eingesetzt wird oder aber der Einsatz von Persulfaten als Initiatoren entsprechende pH-Werte ermöglicht, wie es bei der Polymerisation von vinylacetathaltigen Dispersionen üblich ist, ist eine Abspaltung der Acetalgruppen höchstwahrscheinlich. Folglich ist es sehr unwahrscheinlich, daß nach Beendigung der Polymerisation überhaupt noch teilacetalisierter Polyvinylalkohol vorliegt.

[0016] Ferner stellt sich die Frage, ob in Gegenwart von teilacetalisiertem Polyvinylacetal die beschriebene Schutzkolloidwirkung überhaupt erzielt werden kann. Die Polymerisationen finden nämlich immer bei Temperaturen von über 60°C, meistens sogar über 70°C, statt. Teilacetalisierte Polyvinylalkohole zeigen aber eine mit steigendem Acetalisierungsgrad verringerte Wasserlöslichkeit. So fällt z.B. im Falle von n-Butanal als Aldehyd selbst bei einem recht niedrigen Acetalisierungsgrad von 8,5%, was bei einem Hydrolysegrad des eingesetzten Polyvinylalkohols von 98 % einem gewichtsprozentigen Anteil von 6,6 % entspricht, bereits unterhalb von 60°C der teilacetalisierte Polyvinylalkohol aus der wäßrigen Lösung aus. Bei einem theoretischen Acetalisierungsgrad von 13,9 % (dies entspricht bei einem Hydrolysegrad von 98% einem gewichtsprozentigen Anteil von 10,8 %) fällt das Polymer sogar schon bei ca. 30°C aus der Lösung aus.

[0017] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, Dispersionspulver zu entwickeln, die die Haftzugsfestigkeit von damit modifizierten, zementgebundenen Trockenmörteln insbesondere nach Naßlagerung auf hydrophoben Untergründen, insbesondere Polystyrol, verbessern.

[0018] Überraschenderweise wurde gefunden, daß bei Zugabe von teilacetalisierten, jedoch noch wasserlöslichen Polyvinylalkoholen zur Dispersion nach der Versprühung Dispersionspulver erhalten werden, die eine verbesserte Naßhaftung der oben beschriebenen Trockenmörtel gewährleisten.

[0019] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit ein Dispersionspulver enthaltend

- a) mindestens ein Basispolymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester-Comonomer-, Vinylester-Ethylen-, (Meth)acrylat- und Styrol-Acrylat-Polymerisate,
- b) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines Schutzkolloides,
- c) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohols,
- d) 0 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht, Antibackmittel, sowie
- e) gegebenenfalls weitere Additive.

[0020] Bevorzugt ist ein Dispersionspulver enthaltend

- a) ein Basispolymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester-Comonomer-, Vinylester-Ethylen-, (Meth)acrylat- und Styrol-Acrylat-Polymerisate,
- b) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, eines Schutzkolloides,
- c) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, eines teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohols,
- d) 0 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht, Antibackmittel, sowie
- e) gegebenenfalls weitere Additive.

[0021] Geeignete Vinylester-Polymerisate a) sind vorzugsweise Vinylacetat-Homopolymere oder Copolymere des Vinylacetats mit Ethylen und/oder weiteren Vinylestern, wie Vinylpropionat, Vinylpivalat, Vinylester von [®]Versäure 9, 10 oder 11 (Shell-Chemie, α,α -Dialkyl-verzweigte Carbonsäuren), Vinyl-2-ethylhexanoat und/oder Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit geradkettigen, verzweigten oder cyclischen Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere 1 bis 12 Kohlenstoffatomen.

[0022] Geeignete (Meth)acrylat- und Styrol-(Meth)acrylat-Polymerisate a) sind vorzugsweise Polymerisate aus Styrol und/oder Estern der Acrylsäure und/oder Methacrylsäure mit geradkettigen, verzweigten oder cyclischen aliphatischen Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen, insbesondere 1 bis 12 Kohlenstoffatomen.

[0023] Als Schutzkolloid b) kommen übliche Schutzkolloide, beispielsweise Celluloseether, wasserlösliche Stärke, Polyvinylpyrrolidon und Polycarbonsäure, vorzugsweise Polyvinylalkohol in Frage.

[0024] Der Polymerisationsgrad des Polyvinylalkohols b) liegt vorzugsweise im Bereich von 200 bis 3500, besonders bevorzugt zwischen 500 und 3000. Der Hydrolysegrad beträgt vorzugsweise 80 bis 98 Mol-%, insbesondere 85 bis 98 Mol-%.

[0025] Der Anteil der teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohole c) liegt vorzugsweise zwischen 3 und 12 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat.

[0026] Der Acetalisierungsgrad des Polyvinylalkohols c) liegt im Bereich von 1 bis 20 Mol-%, vorzugsweise zwi-

schen 2 und 18 Mol-% und besonders bevorzugt zwischen 4 und 16 Mol-%.

Der Hydrolysegrad des Polyvinylalkohols c) liegt im Bereich von 50 bis 100 Mol-%, vorzugsweise zwischen 70 und 100 Mol-% und besonders bevorzugt zwischen 80 und 100 Mol-%.

[0027] Der Polymerisationsgrad des Polyvinylalkohols c) liegt vorzugsweise im Bereich von 200 bis 3500, besonders bevorzugt zwischen 500 und 3000.

[0028] Der Anteil an Antibackmittel d) liegt vorzugsweise zwischen 1 und 20 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht.

[0029] Geeignete Antibackmittel d) sind vorzugsweise Aluminiumsilikate, Calciumcarbonate oder Kieselsäuren sowie basische Verwachsungen von Talk und Dolomit, wobei Aluminiumsilikate besonders bevorzugt sind. Die Antibackmittel besitzen vorzugsweise eine Teilchengröße von 0,001 bis 0,5 mm.

[0030] Als Additive e) können Zementverflüssiger, wie z.B. Melaminformaldehydkondensate, abbinderegulierende Additive zur Zementhydratation, wie z.B. Calcium-Formiat oder organische Fruchtsäuren, Netzmittel, wie z.B. Alkylpolyglykole, Weichmacher, wie z.B. Dibutylphthalat, Rheologiomodifizierer, wie z.B. Polycarboxylate oder Dispersionsentschäumer, wie z.B. Polyethersiloxane, eingesetzt werden.

[0031] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung des erfindungsgemäßen Dispersionspulvers, bei dem man eine Dispersion enthaltend Basispolymerisat a), Schutzkolloid b) sowie ggfs. weitere Additive mit den teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkoholen mischt und anschließend, gegebenenfalls unter gleichzeitigem Zumischen des Antibackmittels, die erhaltene Mischung trocknet.

[0032] Die Zugabe von teilacetalisiertem Polyvinylalkohol erfolgt dabei nach Ende der Polymerisation vorzugsweise kurz vor der Sprühtrocknung, da in diesem Falle der pH-Wert der Dispersion unberücksichtigt bleiben kann.

[0033] Der teilacetalisierte Polyvinylalkohol kann als Feststoff oder als wäßrige Lösung vorliegen und zur Dispersion zugegeben werden, wobei es vorteilhaft ist, die durch den Herstellungsprozeß sowieso vorliegende wäßrige Lösung direkt zur Dispersion dazu zugeben ohne den teilacetalisierten Polyvinylalkohol zu isolieren. Die Herstellung kann dabei in allen dem Fachmann zu diesem Zweck bekannten Vorrichtungen durchgeführt werden.

[0034] Vorzugsweise wird die erhaltene Mischung in einem Trockenturm sprühtrocknet. Dabei werden die genannten Zusatzstoffe geeigneterweise vor der Versprühung in die Dispersion eingerührt. Die Versprühung erfolgt beispielsweise mit einer Zweistoffdüse oder einer Rotationsscheibe bei einer Temperatur des Trockengases zwischen 100 und 180°C. Dabei wird zur Erhöhung der Lagerstabilität und der Rieselfähigkeit des Dispersionspulvers das Antibackmittel in einer geeigneten Menge parallel zur Dispersion in den Sprühturm eingebracht, wodurch es zu einer Ablagerung der Antibackmittel auf den Dispersionsteilchen kommt. Durch die genannten Verfahren erhält man gut redispersierbare Dispersionspulver.

[0035] Die erfindungsgemäßen Dispersionspulver finden vorzugsweise Verwendung zur Modifizierung von Mörtel sowie in Klebe- und Armierungsspachtel für Wärmedämm-Verbundsysteme. Sie führen insbesondere zu einer Erhöhung der Haftzug- und/oder Biegezugfestigkeit von Mörtel.

[0036] Die Erfindung wird im folgenden anhand von Ausführungsbeispielen näher beschrieben, ohne dadurch jedoch eingeschränkt zu werden.

[0037] Als teilacetalisierte Polyvinylalkohole wurden die in Tabelle 1 angegebenen Typen synthetisiert und eingesetzt.

Tabelle 1

Muster	A	B	C	D
Aldehyd	Butanal	Butanal	4-Hydroxybenzaldehyd	Butanal
Anfangshydrolysegrad des Polyvinylalkohols	88%	88%	98%	98%
Theoretischer Acetalisierungsgrad	14%	7%	4,9%	13,9%
Gew.-% Aldehyd bezogen auf den eingesetzten Polyvinylalkohol	9,0%	4,5%	6,4%	11,0%
Feststoffgehalt der Lösung	15,9%	15,0%	14,9%	15,5%

[0038] Folgende Dispersionen wurden eingesetzt:

Dispersion 1:

Polyvinylalkohol-stabilisierte Vinylacetat-Ethylen-Copolymer-Dispersion mit einem Feststoffgehalt von ca. 58%.

Dispersion 2:

Polyvinylalkohol-stabilisierte Vinylacetat-Versatidsäurevinylester-Copolymer-Dispersion (Versatidsäurevinylester z.B. ®VeoVa10 der Fa. Shell) mit einem Feststoffgehalt von ca. 50%.

Dispersion 3:

Polyvinylalkohol-stabilisierte Vinylacetat-Versatidsäurevinylester-Butylacrylat-Terpolymer-Dispersion (Versatidsäurevinylester z.B. ®VeoVa10 der Fa. Shell) mit einem Feststoffgehalt von ca. 53%.

Dispersion 4:

Polyvinylalkohol-stabilisierte Methylmethacrylat-Butylacrylat-Copolymer-Dispersion mit einem Feststoffgehalt von ca. 50%.

Dispersion 5:

Polyvinylalkohol-stabilisierte Vinylacetat-Dibutylmaleinat-Copolymer-Dispersion mit einem Feststoffgehalt von ca. 50%.

[0039] Herstellung der Dispersionspulver:

[0040] Stellvertretend für alle Dispersionspulver wird die Herstellung anhand des Dispersionspulvers 1 ausführlich beschrieben.

[0041] Zur Dispersion 1 werden 2,5 Gewichtsteile, bezogen auf das Basispolymerisat der Dispersion 1, teilacetalisierter, wasserlöslicher Polyvinylalkohole c) zugegeben. Dann wird bei Bedarf durch Zugabe von Wasser eine Versprühviskosität von ca. 400 mPas (nach Haake, bei $D = 17,93s^{-1}$) eingestellt. Die Mischung wird mit Hilfe einer Zweistoffdüse versprüht. Während des Versprühens wird ein Antibackmittel so zudosiert, daß der Anteil des Antibackmittels im Dispersionspulver 15 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht, beträgt. Man erhält ein lagerstabiles, gut rieselfähiges Pulver.

[0042] Die Zusammensetzung der erfindungsgemäßen Dispersionspulver (DP1 bis DP14) sowie der Vergleichs-Dispersionspulver (VDP1 bis VDP7) ist in Tabelle 2 zusammenfassend mit den anwendungstechnischen Ausprüfungsergebnissen beschrieben.

[0043] Im Falle der Vergleichsbeispiele werden anstelle der Zugabe eines teilacetalisierten Polyvinylalkohols die diesen Produkten zugrundeliegenden Polyvinylalkohole mit den entsprechenden Hydrolysegraden und Molekulargewichten eingesetzt.

[0044] Anwendungstechnische Prüfung:

Rezeptur 1:

Für Rezeptur 1 wurde eine Grundmischung folgender Zusammensetzung hergestellt:

Einwaage	Rohstoff
1000GT	CEM I 42,5 R
1840GT	Quarzsand F 34
224GT	®Omyacarb 130 AL
572GT	Calcilit 0,1-0,5
176GT	Calcilit 0,5-1,0
8GT	®Tylose MH 15.002 P6

Rezeptur 2:

Für Rezeptur 2 wurde eine Grundmischung folgender Zusammensetzung hergestellt:

Einwaage	Rohstoff
1400GT	CEM I 42,5 R

EP 1 020 493 A1

(fortgesetzt)

Einwaage	Rohstoff
2412GT	Quarzsand ZE 23
8GT	®Tylose MH 15.009 P2

5

[0045] Zur Bestimmung der Haftzugfestigkeiten wurde das Haftzugprüfgerät Herion HP 850 mit 3,5 kN Zugkolben verwendet.

10 **[0046]** Die Prüfung der EPS-Haftung erfolgte für Rezeptur 1 in Anlehnung an die UEATc Richtlinien vom April 1992: 388 g Grundmischung „Rezeptur 1“ wurde jeweils mit 12 g des zu prüfenden Dispersionspulvers trocken homogenisiert, mit 80 g Wasser per Hand angemischt und unter einem Lenartrührer 15 Sekunden mit hoher Schergeschwindigkeit gerührt. Eine Reifezeit von mindestens 5 Minuten wurde eingehalten. Eine Schablone wurde längs über die zu beschichtende EPS-Platte aufgelegt und mit einem Teil des Klebers beschichtet. Mittels einem Spachtel wurde die
15 Masse verteilt und dabei auf guten Kontakt zum EPS geachtet.

[0047] Anschließend wurde der Kleber auf Schablonenschichtdicke glatt abgezogen. Mit einem Kunststoffring wurden anschließend 5 Prüfflächen abgesteckt und der restliche Kleber vom EPS entfernt.

Die Probekörper wurden 6 Tage bei Raumtemperatur gelagert und die Zugeisen ($\varnothing = 50$ mm) mittels Epoxidharzkleber aufgeklebt. Am nächsten Tag wurden pro Klebermischung 2 Prüfstempel gezogen. Die Kraftanstiegsgeschwindigkeit wurde dabei auf 10 N/s eingestellt. Anschließend wurde die EPS-Platte über 2 Tage im Wasserbad kopfüber gelagert, 20 2 Stunden getrocknet und die Haftzugfestigkeit bestimmt.

[0048] Die Prüfung der EPS-Haftung erfolgte für Rezeptur 2 in Anlehnung an die Ö-Norm 6121:

[0049] 382 g Grundmischung „Rezeptur 2“ wurde jeweils mit 18 g des zu prüfenden Dispersionspulvers trocken homogenisiert, mit 80 g Wasser per Hand angemischt und unter einem Lenartrührer 15 Sekunden mit hoher Schergeschwindigkeit gerührt. Eine Reifezeit von mindestens 5 Minuten wurde eingehalten. Eine Schablone wurde längs über die zu beschichtende EPS-Platte aufgelegt und mit einem Teil des Klebers beschichtet. Mittels einem Spachtel wurde die Masse verteilt und dabei auf guten Kontakt zum EPS geachtet.
25

[0050] Anschließend wurde der Kleber auf Schablonenschichtdicke glatt abgezogen. Mit einem Kunststoffring wurden anschließend 5 Prüfflächen abgesteckt und der restliche Kleber vom EPS entfernt.

30 **[0051]** Die Probekörper wurden 13 Tage bei Raumtemperatur gelagert und die Zugeisen ($\varnothing = 50$ mm) mittels Epoxidharzkleber aufgeklebt. Am nächsten Tag wurden pro Klebermischung 2 Prüfstempel gezogen. Die Kraftanstiegsgeschwindigkeit wurde dabei auf 65 N/s eingestellt. Anschließend wurde die EPS-Platte 1 Tag im Wasserbad kopfüber gelagert und die Haftzugfestigkeit bestimmt.

35 **[0052]** Die Ergebnisse sind zusammenfassend in Tabelle 2 wiedergegeben. Es wird deutlich, daß in allen Fällen die erfindungsgemäßen Dispersionspulver besser in der Haftung nach Naßlagerung sind als die entsprechenden Vergleichsbeispiele.

40

45

50

55

Tabelle 2

Pulver	Dispersion	teilacetalisierter Polyvinylalkohol	Menge [GT]	Rezeptur 1				Rezeptur 2			
				Haftzugfestigkeit				Haftzugfestigkeit			
				Trocken [N/mm ²]	anhaftendes EPS in %	naß [N/mm ²]	anhaftendes EPS in %	trocken [N/mm ²]	anhaftendes EPS in %	naß [N/mm ²]	anhaftendes EPS in %
DP1	1	D	2,5	0,112	95	0,076	80	0,127	95	0,076	55
DP2	1	D	5	0,155	95	0,109	85	0,153	95	0,097	60
DP3	1	D	7,5	0,163	95	0,107	85	0,163	95	0,083	50
DP4	1	D	10	0,163	95	0,11	85	0,125	95	0,08	60
DP5	1	B	5	0,15	95	0,098	80	0,134	95	0,078	55
DP6	1	C	3	0,132	95	0,124	80	0,171	95	0,073	45
VDP1	1	PVAI HG = 98 %	5	0,143	95	0,075	70	0,143	95	< 0,046	40
VDP2	1	PVAI HG = 98 %	10	0,138	95	0,08	70	0,155	95	< 0,046	40
DP7	1	A	10	0,13	95	0,112	85	0,16	95	0,09	50
VDP3	1	PVAI HG = 88 %	10	0,13	95	0,072	70	0,153	95	< 0,046	20
DP8	2	D	2,5	0,132	95	0,124	85	0,135	95	0,117	80
DP9	2	D	5	0,132	95	0,115	85	0,135	95	0,09	60
VDP4	2	PVAI HG = 88 %	2,5	0,12	95	0,09	75	0,158	95	0,078	40
DP10	3	A	2,5	0,143	95	0,083	70	0,15	95	0,081	40
DP11	3	A	5	0,13	95	0,095	75	0,16	95	0,078	40
DP12	3	A	10	0,13	95	0,1	75	0,143	95	0,087	45
VDP5	3	PVAI HG = 88 %	5	0,158	95	0,065	30	0,13	95	0,058	25
DP13	4	D	5	0,094	65	0,061	60	0,14	95	0,06	40
VDP6	4	PVAI HG = 98 %	5	0,177	90	0,056	40	0,148	95	< 0,046	30
DP14	5	D	5	0,061	50	0,059	15	0,066	40	0,051	15
VDP7	5	-	0	< 0,046	10	< 0,046	10	< 0,046	10	< 0,046	10

Patentansprüche

1. Dispersionspulver enthaltend

- 5 a) mindestens ein Basispolymerisat aus der Gruppe der Vinylester-, Vinylester-Comonomer-, Vinylester-Ethylen-, (Meth)acrylat- und Styrol-Acrylat-Polymerisate,
b) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines Schutzkolloides,
c) 1 bis 25 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, mindestens eines teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohols,
10 d) 0 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Polymergesamtgewicht, Antibackmittel, sowie
e) gegebenenfalls weitere Additive.
2. Dispersionspulver gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymerisat a) ein Vinylacetat-Copolymerisat ist.
- 15 3. Dispersionspulver gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Schutzkolloid b) Polyvinylalkohol ist.
4. Dispersionspulver gemäß Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyvinylalkohol b) einen Polymerisationsgrad von 200 bis 3500 und einen Hydrolysegrad von 80 bis 98 Mol-% aufweist.
- 20 5. Dispersionspulver gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil der teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkohole c) im Bereich von 3 bis 12 Gew.-%, bezogen auf das Basispolymerisat, liegt.
- 25 6. Dispersionspulver gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der teilacetalisierte, wasserlösliche Polyvinylalkohol einen Acetalisierungsgrad von 1 bis 20 Mol-% und einen Hydrolysegrad von 50 bis 100 Mol-% aufweist.
- 30 7. Dispersionspulver gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß 1 bis 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Polymerisats, Antibackmittel d) enthalten ist.
8. Verfahren zur Herstellung eines Dispersionspulvers gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, bei dem man eine Dispersion enthaltend Basispolymerisat a), Schutzkolloid b) sowie ggfs. weitere Additive mit den teilacetalisierten, wasserlöslichen Polyvinylalkoholen mischt und anschließend, gegebenenfalls unter gleichzeitigem Zumischen des Antibackmittels, die erhaltene Mischung trocknet.
- 35 9. Verfahren gemäß Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die erhaltene Mischung in einem Trockenturm sprühtrocknet.
- 40 10. Verwendung eines Dispersionspulvers gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, zur Modifizierung von Mörtel.
11. Verwendung eines Dispersionspulvers gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, in Klebe- und Armierungsspachtel für Wärmedämm-Verbundsysteme.
- 45 12. Verwendung eines Dispersionspulvers gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7 zur Erhöhung der Haftzug- und/oder Biegezugfestigkeit von Mörtel.

50

55



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 99 12 6210

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	FR 956 798 A (LONZA AG) 7. Februar 1950 (1950-02-07) * Ansprüche 1,4,6; Beispiele 1,2 * ---	1	C08L57/00 C08J3/12 C04B24/26 /(C08L57/00, 29:14,29:04)
X	FR 1 189 604 A (WACKER-CHEMIE GMBH) 5. Oktober 1959 (1959-10-05) * Seite 2, linke Spalte, Zeile 50 - Zeile 55; Anspruch 1; Beispiel 1 * -----	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			C08L
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 15. Mai 2000	Prüfer Schueler, D
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03.82 (P/4C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 12 6210

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

15-05-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
FR 956798	A	07-02-1950	CH	248215 A	
			CH	253413 A	
			CH	253414 A	
			DE	843468 C	

FR 1189604	A	05-10-1959	DE	1202982 B	

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82